

Anorganisch-Chemisches Praktikum II

für
B. Sc.

Versuchsvorschriften
und
Informationen zur Durchführung

Sommersemester 2010

Titel des Lehrmoduls (LM)	Anorganische Reaktionen II		
Bez. des LMs	AR II	LM-Kreditpunkte/ Umfang	9 CP/ 11 SWS
Studiengänge	Pflicht-LM für: B.Sc. Chemistry		
Voraussetzungen Teilnahme an den Praktika Allgemeine Chemie und Anorganische Chemie I			
Ziele des Lehrmoduls Einführung in die Methodik anorganischer Präparationstechniken, Erweiterung der Stoffkenntnisse, Übertragung grundlegender Prinzipien der anorganischen Chemie auf die Eigenschaften und Reaktionen anorganischer Verbindungen.			
Kurzzusammenfassung Anhand ausgewählter anorganischer Präparate sollen die Studenten die im LM AC I erlernten experimentellen Techniken vertiefen, wichtige anorganische Präparationstechniken kennen lernen, die Stoffkenntnisse erweitern und die Übertragung grundlegender Prinzipien der anorganischen Chemie auf die Eigenschaften und Reaktionen anorganischer Verbindungen Stoffe erlernen und üben.			
Zeitlicher Rahmen	Vorlesungen	15 x	- Stunden
	Übungen	15 x	- Stunden
	Praktikum	15 x	7 Stunden
	Vor- und Nachbereitung		105 Stunden
	<u>Gesamtaufwand</u>		210 Stunden
Überprüfung des Lernfortschritts	Laborjournal und Praktikums-Fachgespräche		
Leistungskontrolle	Geht zu 50% in die Bewertung des Teilmoduls Anorganische Chemie II ein: Präparate (66%) Laborjournal (17%) und Praktikums-Fachgespräche (17%)		

Zusammenfassung der Lehrgegenstände

Säure-Basen- und Redoxreaktionen, Festkörper- und Transportreaktionen, Elektrolyse, Extraktion, Kristallisation, Arbeiten unter Luftausschluß, im Hochvakuum und bei hohen und tiefen Temperaturen

Nitride, Nitrate, Sulfide Sulfate, Halogenide, Halogenate, Manganate, Ferrate, Molybdate, Wolframate, Acetate, Organokomplexe von Haupt- und/oder Nebengruppenmetallen

Struktur-Zusammensetzung-Reaktionen-Eigenschaften

Informationen zum AC-II-Praktikum

Das AC-II-Praktikum findet während der Vorlesungszeit an 28 Tagen von 13 – 18 Uhr (17 Uhr ist Kochschluss!!) in AR-G101-105 statt.

Als Eingangsvoraussetzungen gilt die Teilnahme an den Praktika Allgemeine Chemie und Anorganische Chemie I.

Das Praktikum beginnt um 13.15 Uhr mit einer Vorbesprechung und einer Besichtigung von Chemikalienlager und Sonderabfallentsorgung (Der jeweilige Termin wird über einen Aushang bekanntgegeben!).

Es wird eine Anwesenheitsliste geführt, in die sich jede(r) Praktikumssteilnehmer(in) einzutragen hat.

Die Praktikumsräume sind Dienstag bis Donnerstag jeweils von 13.15 – 17.45 Uhr geöffnet. Die Zeit von 17.15 – 17.45 Uhr ist Reinigungs- und Aufräumarbeiten vorbehalten. In Ausnahmefällen und in Absprache mit den Assistenten(innen) können die Praktikumsräume bereits ab 12.15 Uhr für eventuelle Vorbereitungen genutzt werden.

Zu Beginn des Praktikums sind die Arbeitsplätze zu übernehmen und die Schränke auf Vollständigkeit zu überprüfen (Geräteliste). Arbeitsplätze und Geräte sind nach Abschluss des Praktikums sauber zu übergeben. Jede(r) Praktikant(in) ist für den Inhalt seines (ihres) Schrankes und die darüber hinaus ausgeliehenen Geräte verantwortlich und ersatzpflichtig. Das Praktikum gilt erst nach Abgabe der Schränke als beendet.

Der letzte Praktikumsstag dient der Reinigung der Praktikumsräume (Arbeitstische, Abzüge, Regale, Nebenräume etc.). Es besteht Anwesenheitspflicht für alle PraktikumssteilnehmerInnen.

Alle Geräte und Räume sind pfleglich zu behandeln und sauber zu halten. Die Glasgeräte sind nach Gebrauch sofort zu reinigen, mit destilliertem Wasser zu waschen und zu trocknen. Jeden Abend findet eine diesbezügliche Überprüfung statt. Dabei werden unsaubere Geräte und Glasgeräte mit Chemikalienresten eingezogen. Nicht davon betroffen sind Geräte oder Reaktionsaufbauten mit Zwischenprodukten, sofern diese ausreichend (Inhalt, Name, Datum, Gefahrenhinweise) gekennzeichnet sind. Das Aufbewahren von Chemikalien in den Unterschränken oder Schubladen ist verboten.

Es ist ein Saaldienst einzurichten (Liste). Der Saaldienst hat alle Praktikumsräume, den Stinkraum und sonstige Nebenräume auf Reinheit und die Stromanschlüsse, die Gas- und Wasserhähne sowie die Gasflaschen zu überprüfen. Herrenlose Geräte sind einzuziehen und den aufsichtführenden Assistenten(innen) zu übergeben. Für den sauberen und ordnungsgemäßen Zustand der Chemikalienregale, der ausstehenden Geräte, Waschbecken und Gasflaschen etc. sowie für die Entsorgung des Sondermülls ist außerdem der/die in der ausgehängten Liste genannte Platzinhaber(in) verantwortlich.

Zusätzlich benötigte Geräte können in der Zeit von 13.15 bis 14.00 Uhr ausgeliehen werden. Geräte, die nur für spezielle Versuche benutzt werden, sind sofort nach Beendigung des Versuchs gereinigt abzugeben. Über die Ausleihgeräte wird eine gesonderte Liste geführt. Die Sondergeräte können im Beisein der aufsichtführenden Assistenten(innen) an nachfolgende BenutzerInnen übergeben werden.

Über die Benutzung der Membranpumpen ist Buch zu führen, die Inbetriebnahme ist nur mit vorgeschalteter Woulffscher Flasche gestattet. Nach jeder Benutzung ist die Pumpe zu reinigen.

Die Heizbäder sind regelmäßig auf Sauberkeit zu überprüfen. Ihre Benutzung ist nur mit Thermometer und einem passenden, ausreichend absenkbareren Laborboy gestattet.

Eventuelle Verunreinigungen sind sofort zu melden. Das Abdampfen von Lösungsmitteln auf Heizplatten ist verboten.

Die Öfen und Trockenschränke sind nur in Gegenwart eines Assistenten (einer Assistentin) einzuschalten. Das eigenmächtige Auswechseln von Thermoelementen ist nicht gestattet.

Bei der Erstinbetriebnahme des Knallgasgebläsebrenners, der Vakuumpumpen, Kühlfallen und Muffelöfen ist die Anwesenheit eines Assistenten (einer Assistentin) erforderlich.

Es gilt die allgemeine Laborordnung nach § 20 GefStoffV.

Hinweise zu den Präparaten

Während des Praktikums sind 20 Präparate mit möglichst hoher Ausbeute und Reinheit darzustellen. In der anhängenden Liste sind die 14 ersten Präparate nach steigendem Schwierigkeitsgrad geordnet. Die darauf folgenden Präparate erfordern spezielle Geräte, die jedem/jeder Teilnehmer(in) nur an bestimmten Tagen zur Verfügung stehen. Diese Terminversuche (T1-T6) sind gesondert gekennzeichnet und jeder/jede Teilnehmer(in) sollte sich möglichst frühzeitig in die aushängenden Listen eintragen.

Vor Ausgabe der Präparate bzw. Versuche wird der Kenntnisstand über Versuchsaufbau bzw. –durchführung und die ablaufenden chemischen Reaktionen überprüft. Ohne entsprechendes Testat können die Versuche nicht begonnen werden. Testate können an den Praktikumsstagen von 13.15 bis 17.00 Uhr bei den jeweiligen Assistenten (Assistentinnen) abgenommen werden.

Nach Erteilung des Testats können die Schlüsselsubstanzen angefordert werden. Dazu sind passende, ausreichend beschriftete Gefäße mit Testat am Ende eines jeden Praktikumsstages auf den bereitgestellten Rolltisch abzugeben. Die Schlüsselsubstanzen stehen dann am nächsten Tag zur Verfügung, Ausnahme bildet der erste Praktikumsstag. An diesem Tag ist es möglich die entsprechenden Chemikalien direkt nach dem Testat zu beziehen.

Abweichend von den Vorschriften (nach Abwiegen der Substanz) ist jeweils die gesamte Menge der erhaltenen Schlüsselsubstanz einzusetzen. Entsprechend der erhaltenen Substanzmenge sind die anderen Mengen zu berechnen.

Alle sonstigen Chemikalien oder Lösungsmittel stehen in ausreichenden Mengen in den Regalen und Schränken zur Verfügung. Da die Auffüllung der Vorratsflaschen vor dem Beginn eines jeden Praktikumsstages erfolgt, sollten leere Gefäße bereits am Vortag auf den bereitgestellten Rolltisch gestellt werden, um ein störungsfreies Praktikum zu gewährleisten.

Die verwendeten Chemikalien oder Lösungsmittel sind ggf. zu reinigen oder zu trocknen (siehe entsprechende Vorschrift), hierbei kann in Kleingruppen zusammengearbeitet werden.

Über die Versuchsdurchführung ist ein Protokoll zu führen (DIN A4-Heft mit Inhaltsverzeichnis), das (auf einer neuen Seite beginnend) die Präparate-Nr., den Namen des Präparats, das Datum des Testats und das Abgabedatum, die Versuchsvorschrift, evtl. eine Skizze des Versuchsaufbaus, die Reaktionsgleichung(en), einige theoretische Grundlagen zum Versuch, Beobachtungen, Auswertung mit Berechnung der Ausbeute, die R- und S-Sätze sowie die E-Sätze enthalten sollte.

Für das Testat zu Beginn eines jeden Versuchs müssen die Protokolle bereits die Präparate-Nr., den Namen des Präparats, das Datum des Testats, die Versuchsvorschrift, die Reaktionsgleichung(en), die R- und S-Sätze sowie die E-Sätze enthalten.

Fertige Präparate sind in verschlossenen und beschrifteten (Aufkleber mit Versuchs-Nr., Präparat, Name) Schnappdeckelgläschen, zusammen mit dem fertigen Protokoll, abzugeben.

Es dürfen maximal 5 Präparate gleichzeitig bearbeitet werden. Abweichungen sind nur nach Absprache mit den Assistenten (Assistentinnen) erlaubt.

Das Praktikum kann nur bestanden werden, wenn alle Versuche durchgeführt worden sind.

Hinweise zu den Schlüsselsubstanzen

Es werden nur Behältnisse aufgefüllt, die auf dem Rollwagen für Schlüsselsubstanzen stehen und leserlich mit Namen, Versuchsnummer, und Substanznamen beschriftet sind. Zusätzlich muss der Laufzettel mit Kolloquiumsunterschrift beigefügt sein. Die Substanzausgabe erfolgt täglich zu Beginn des Praktikums, d.h. die Behältnisse müssen am Abend zuvor, entsprechend den Vorgaben, vorbereitet werden.

Versuch	Menge	Schlüsselsubstanz	Behältnis
1	10 g	KClO ₄	100 ml Becherglas
2	0,3 g	Li	100 ml Erlenmeyerkolben mit n-Pentan und Stopfen
3	3 g	Na ₂ WO ₄ ·2H ₂ O	100 ml Becherglas
4	10 g	KMnO ₄	100 ml Becherglas
5	2 g	Cr	100 ml Becherglas
6	15 g	CoCl ₂ ·6H ₂ O	100 ml Becherglas
7	10 g	CuSO ₄ ·5H ₂ O	100 ml Becherglas
8	8 g	Na ₂ WO ₄ ·2H ₂ O	100 ml Becherglas
9	10 g	NaI	100 ml Becherglas
10	50 g	KCr(SO ₄) ₂ ·12H ₂ O	250 ml Becherglas
11	3 g	Sn	100 ml Becherglas
12	10 g	MnCl ₂ ·4H ₂ O	100 ml Becherglas
13	10 g	SnCl ₂ ·2H ₂ O	100 ml Becherglas
14	30 g	Pb ₃ O ₄	100 ml Becherglas mit Urglas
T1	20 g	Al	100 ml Becherglas
T2	0,5 g	Fe	100 ml Becherglas
T3	2 g	Fe	100 ml Becherglas
T4	1 g	CoO	100 ml Becherglas
T5	40 g	KHSO ₄	250 ml Becherglas
T6	10 g	CrCl ₃ ·6H ₂ O	100 ml Becherglas

Versuch 1: Reinigung von Kaliumperchlorat

Diskussionspunkte

Welche Möglichkeiten der Fest-Flüssig-Trennung gibt es? Wie arbeitet man mit einer Membranpumpe? Wieso wird bei diesem Versuch am Anfang in der Wärme filtriert? Wie geht man bei einer Umkristallisation vor? Was sind Mischkristalle?

Versuchsvorschrift

Etwa 10 g der $\text{KClO}_4/\text{KMnO}_4$ -mischkristallhaltigen Probe werden in der eben ausreichenden Menge kochenden Wassers gelöst und eventuell ungelöste Reste (z. B. Braunstein) durch einen angewärmten Trichter rasch abfiltriert (Büchnertrichter im Trockenschrank auf 100 °C erhitzen und erst unmittelbar vor dem Filtrieren herausnehmen). Nach dem Abkühlen nutsch man das auskristallisierte Salz über einen Büchnertrichter ab und wäscht mit der Mutterlauge. Das Filtrat wird dunkelrot, und das Salz heller als die Ausgangssubstanz sein. Eine kleine Substanzmenge bewahrt man in einem Schnappdeckelglas auf, die Hauptmenge löst man erneut, bis zur Sättigung, in heißem Wasser. Dieses Verfahren wird bis zur vollständigen Reinigung wiederholt. Zum Schluss erhält man ein weißes Salz und besitzt eine Reihe von Proben, die eine zunehmende Farbaufhellung zeigen. Die Proben werden getrocknet und die Ausbeute des Endproduktes bestimmt.

Die Schnappdeckelgläser der Produkte werden anschließend mit Tesafilm gebündelt und zusammen mit dem Protokoll abgegeben.

Entsorgung

Die wässrigen Phasen werden vereinigt, eingeeengt und mit Natriumthiosulfat versetzt. Hat sich eine klare farblose Lösung gebildet, so kann sie nach dem Erkalten in den Behälter „ätzende, schwermetallhaltige, wässrige Lösungsmittel“ gegeben werden. Eventuell angefallene Niederschläge werden abfiltriert und zusammen mit dem verwendeten Filterpapier in das Behältnis „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben

Versuch 2: Lithiumnitrid

Diskussionspunkte

Eigenschaften der Nitride. Struktur von Li_3N . Eigenschaften und Entsorgung von Alkalimetallen.

Versuchsvorschrift

Das erhaltene Lithiummetall (ca. 0,3 g) wird mit einem Filterpapier abgetrocknet, von der Oxidschicht befreit und auf ein Eisenschiffchen gelegt. Da das Alkalimetall sehr schnell eine neue Oxidschicht ausbildet, muss möglichst schnell gearbeitet werden. Das Schiffchen wird in ein horizontal eingespanntes Quarzrohr geschoben. Man verdrängt die Luft durch Stickstoff und erhitzt das Lithiummetall im Stickstoffstrom mit einem untergestellten Bunsenbrenner. Das Lithium schmilzt bei 186 °C und setzt sich bei ungefähr 450 °C in einer exothermen Reaktion zu blau-metallisch glänzendem Lithiumnitrid um. Man lässt im Stickstoffstrom erkalten und entnimmt erst dann das Reaktionsprodukt dem Eisenschiffchen.

Es ist ein Splitterschutz vor dem Versuchsaufbau zu platzieren!

Entsorgung

Reste des Alkalimetalls und verwendete Filterpapiere werden von allen TeilnehmerInnen in einem 2l-Becherglas in Isopropanol gegeben und nach Abschluss der Versuche entsorgt

Versuch 3: Natriumwolframbronze

Diskussionspunkte

Was sind Bronzen? Durch welche beiden Strukturen lassen sich die Natriumwolframbronzen beschreiben? Was sind nichtstöchiometrische Verbindungen? Warum gibt man bei diesem Versuch Sn-Granalien hinzu? Wie lautet die Reaktionsgleichung?

Versuchsvorschrift

3 g eines Gemisches von $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ und WO_3 im molaren Verhältnis 2 : 1 werden in einem Porzellantiegel aufgeschmolzen, allmählich mit 3 bis 5 Zinngranalien versetzt und 2 Stunden im Schmelzfluß belassen. Danach lässt man den Tiegel langsam erkalten, um eine gute Kristallisation der Bronze zu gewährleisten. Die erkaltete Schmelze wird zerkleinert und in einem 200 ml Becherglas abwechselnd mit Natronlauge und konzentrierter Salzsäure ausgelaugt. Die Lösungen werden abdekantiert und gesammelt. Die Bronze bleibt nach mehrmaligem Auswaschen in Form goldgelber oder rotgelber metallisch glänzender Würfel im Becherglas zurück.

Entsorgung

Die Waschwässer werden neutralisiert, vereinigt und eingeeengt. Eventuell angefallene Niederschläge werden abfiltriert und zusammen mit dem verwendeten Filterpapier in das Behältnis „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben. Die Lösung wird in den Behälter „ätzende, schwermetallhaltige, wässrige Lösungsmittel“ gegeben.

Versuch 4: Kaliummanganat(VI)

Diskussionspunkte

Was ist eine Disproportionierung, was eine Komproportionierung? Welche Oxidationsstufen kann Mangan annehmen? Welche Farben besitzen die einzelnen Oxidationsstufen? Welche Reaktionen laufen bei diesem Versuch ab?

Versuchsvorschrift

In Gegenwart einer wässrigen KOH-Lösung (30 g KOH, 50 ml H₂O) werden 10 g KMnO₄ solange in einem 300 ml Erlenmeyerkolben gekocht, bis sich eine Grünfärbung der Lösung einstellt. Das verdampfte Wasser wird ersetzt und das Reaktionsgefäß im Eiswasser abgekühlt. Die ausgefallenen dunkelgrünen Kristalle werden abgenutscht und mit wenig 1 molarer KOH gewaschen und anschließend über CaCl₂ im Exsikkator getrocknet.

Entsorgung

Die wässrigen Phasen werden vereinigt, eingeeengt und mit Natriumthiosulfat versetzt. Hat sich eine klare farblose Lösung gebildet, so kann sie nach dem Erkalten in den Behälter „ätzende, schwermetallhaltige, wässrige Lösungsmittel“ gegeben werden. Eventuell angefallene Niederschläge werden abfiltriert und zusammen mit dem verwendeten Filterpapier in das Behältnis „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben.

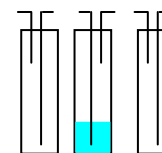
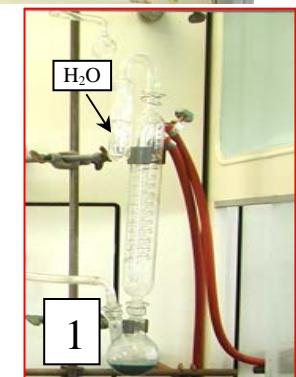
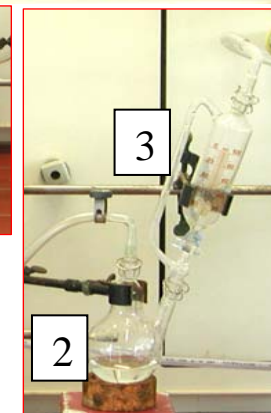
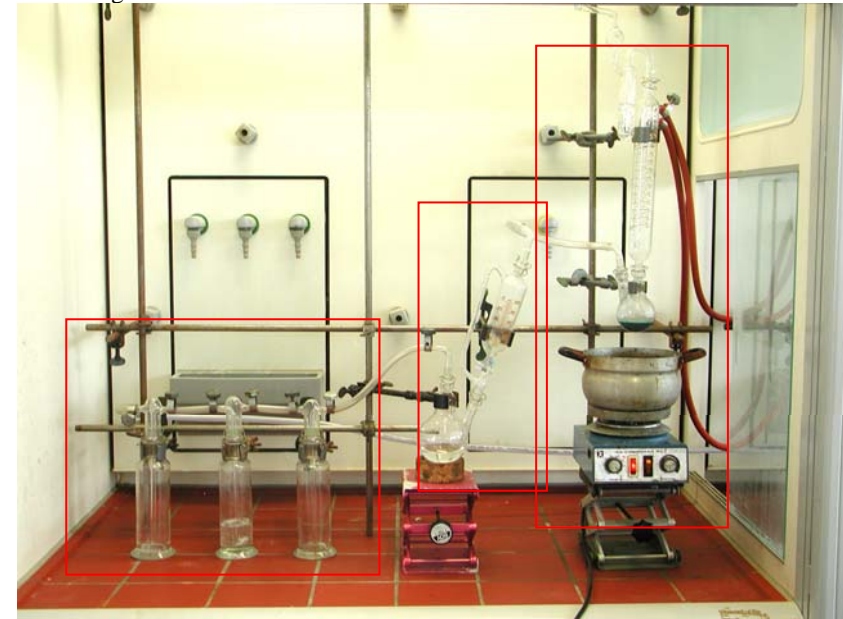
Versuch 5: Chrom(II)-acetat

Diskussionspunkte

Welche Oxidationsstufen kann man bei Chromverbindungen bevorzugt beobachten? Welche Farben sind für die einzelnen Oxidationsstufen von Chrom charakteristisch? – Welche Bindungsverhältnisse liegen in Chrom(II)-acetat vor (Lewis-Formel)

Versuchsvorschrift

Erster Tag: Versuchsaufbau



H₂O

Zweiter Tag: Reaktion

Die gesamte Reaktion findet unter N_2 -Atmosphäre statt!

1. 2g Cr und 14 ml HCl ($w_{HCl} = 18\%$) werden in Rundkolben 1 gegeben. Sobald die Reaktion startet werden 10 ml Wasser hinzugegeben und die Reaktionsmischung unter Rühren erhitzt. Nach Beendigung der Reaktion wird die blaue Lösung, über den Schlauch, in den Tropftrichter 3 dekantiert.
2. 14 g $NaCH_3COO$ in 50 ml luftfreiem Wasser mit 2 Tropfen CH_3COOH werden im Rundkolben 2 vorgelegt und erhitzt.
3. Die blaue Lösung wird in den Rundkolben 2 getropft. Die Lösung verfärbt sich sofort rot und ein roter Feststoff fällt aus.
4. Dieser Feststoff wird im Inertgasstrom ab filtriert, mit luftfreiem Wasser und Ethanol gewaschen. Der Feststoff wird durch scharfes Absaugen getrocknet und anschließend in ein Reagenzglas eingeschmolzen (Assistent/In).

Entsorgung

Die wässrigen Phasen werden vereinigt, eingeeengt und nach dem Erkalten in den Behälter „ätzende, schwermetallhaltige, wässrige Lösungsmittel“ gegeben. Eventuell angefallene Niederschläge werden abfiltriert und zusammen mit dem verwendeten Filterpapier in das Behältnis „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben.

Versuch 6: Triethylendiaminkobalt(III)-bromid

Diskussionspunkte

Welche Reaktionen laufen in diesem Versuch ab? Wie sieht die Struktur des (Zwischen)-Produktes aus? Was ist ein Racemat? Wie lässt sich ein Racemat trennen? Welche Oxidationsstufen kann man bei Kobaltverbindungen bevorzugt beobachten?

Versuchsvorschrift

In einem 500 ml Erlenmeyerkolben werden in 150 g 10%iger Ethylendiaminlösung 15 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ gelöst und durch mehrstündiges Einleiten von Luft oxidiert. Die entstehende braune Lösung wird anschließend mit Salzsäure angesäuert und bis zur Kristallisation eingeeengt. Die Kristallmasse wird in Wasser aufgenommen und mit etwa 5,5 g NH_4NO_3 versetzt, es fällt das grüne $1,6\text{-}[\text{Co}(\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2)_2\text{Cl}_2]\text{NO}_3$ aus. Der Niederschlag wird abfiltriert und das Filtrat mit ca. 20 g NaBr versetzt, ein racemisches Gemisch von $[\text{Co}(\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2)_3]\text{Br}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ fällt rein aus. Es wird sowohl das grüne $1,6\text{-}[\text{Co}(\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2)_2\text{Cl}_2]\text{NO}_3$ als auch das eigentliche Produkt abgegeben.

Entsorgung

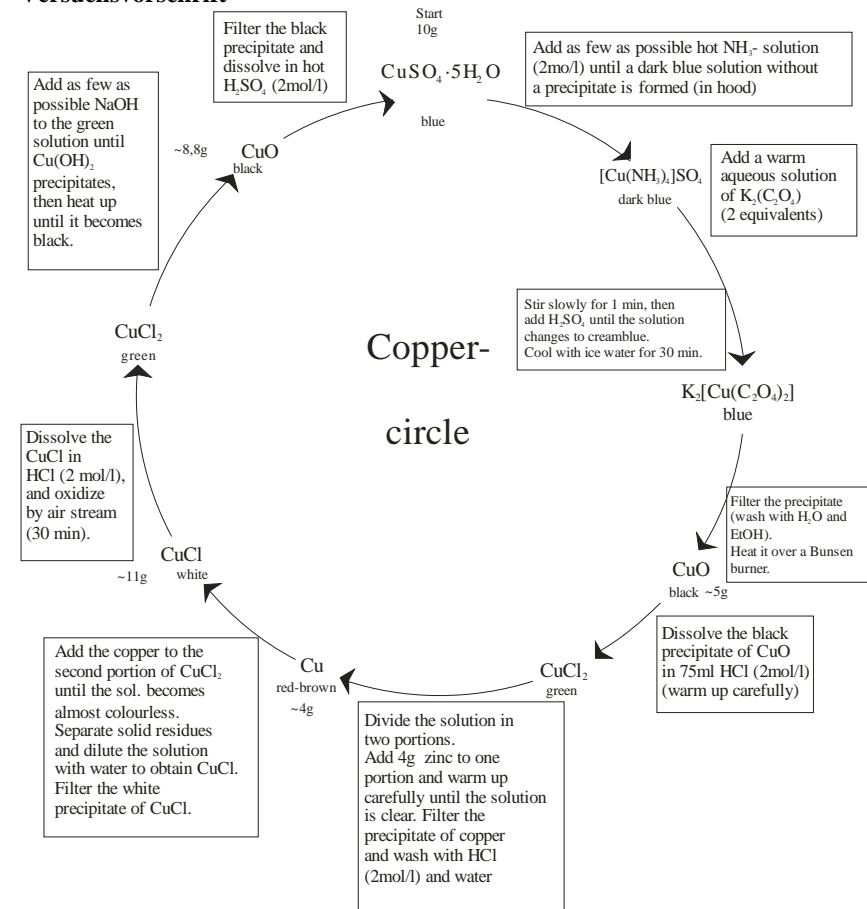
Die wässrige Phase wird eingeeengt, neutralisiert und in den Behälter „ätzende, schwermetallhaltige, wässrige Lösungsmittel“ gegeben. Eventuell angefallene Niederschläge werden abfiltriert und zusammen mit dem verwendeten Filterpapier in das Behältnis „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben.

Versuch 7: Kupferkreislauf

Diskussionspunkte

Alle chemischen Reaktionen dieses Versuchs. Berechne die Masse $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ für Schritt 2. Jahn-Teller Effekt. Stoffkreisläufe

Versuchsvorschrift



Entsorgung

Die wässrige Phasen werden eingeeengt, neutralisiert und in den Behälter „ätzende, schwermetallhaltige, wässrige Lösungsmittel“ gegeben. Eventuell angefallene Niederschläge werden abfiltriert und zusammen mit dem verwendeten Filterpapier in das Behältnis „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben. Unverbrauchte Zinkgranalien werden zurückgegeben.

Versuch 8: Heteropolysäure

Diskussionspunkte

Was ist der Unterschied zwischen Hetero- und Isopolysäuren? Wie sind die Zentralatome koordiniert? Was ist die Keggin-Struktur? Warum muss bei diesem Versuch auf den Einsatz von Metall-Spateln verzichtet werden?

Versuchsvorschrift

8 g $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ werden in 15 ml Wasser gelöst und mit 1 ml Natriumsilicat-Lösung ($\rho = 1,37 \text{ g/ml}$) versetzt. Man erhitzt das Gemisch bis zum Sieden und gibt unter intensivem Rühren in die kochende Mischung aus einem Tropftrichter langsam 5 ml konz. Salzsäure. Dann lässt man die Lösung abkühlen, filtriert durch einen Büchnertrichter, versetzt das Filtrat mit 3,5 ml konz. Salzsäure und überführt es in einen Scheidetrichter. Nach Zugabe von 12 ml Diethylether wird es einige Minuten lang kräftig geschüttelt (Zwischendurch belüften!). Beim Absetzen bilden sich drei Phasen aus: eine obere etherische Phase, eine mittlere wässrige Phase und eine untere ölige, gelbliche Phase. Die untere Phase wird in einen zweiten Scheidetrichter überführt und erneut mit 2 ml konz. Salzsäure, 6 ml Wasser und 4 ml Diethylether ausgeschüttelt. Man lässt absetzen und gibt nun die untere Phase in eine Porzellanschale. Im Abzug wird auf einer Heizplatte eingeengt (Vorsicht, keine offenen Flammen!) und das zurückbleibende feste Produkt bei 70°C im Trockenschrank für 2 Stunden trocknen (Der Trockenschrank muss vorher überprüft und kalibriert werden).

Entsorgung

Die Filtrerrückstände werden zusammen mit dem verwendeten Filterpapier in das Behältnis „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben.

Die wässrigen Phasen werden in eine bereitgestellte 1l-Vorratsflasche „Versuch 8: wässrige Phase“ gegeben.

Die etherischen Phasen werden in eine bereitgestellte 1l-Vorratsflasche „Versuch 8: etherische Phase“ gegeben.

Versuch 9: Natriumnickelparaperiodat-Hydrat

Diskussionspunkte

Gibt es auch Meta- und Mesoperiodate? Wie lautet die allgemeine Summenformel für Orthoperiodate? Was kann man über die Stabilität der Ni^{4+} -Spezies sagen? Welche Reaktionen laufen während des Versuchs ab? Welche Gefahren gehen von Brom aus? Wie kann man Brom entsorgen? Welche Reaktionen geht Brom im alkalischen Medium ein?

Versuchsvorschrift

1. Stufe:

Beim Umgang mit Halogenen muss immer eine $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lösung bereitgestellt werden!

In einer Kristallisationschale ($\varnothing 8 \text{ cm}$) werden 10 g NaI und 26,4 g NaOH in 125 ml Wasser gelöst. Die Lösung wird auf 80°C erwärmt und unter Rühren langsam mit 15 ml Brom (0,25 ml/min) aus einem Tropftrichter versetzt (Zwischenzeitlich muss verdampftes Wasser ersetzt werden!). Das innere Rohr des Tropftrichters wird mit einem Stück Silikonschlauch verlängert, um das Brom möglichst tief in die Lösung zu leiten. Wird die Temperatur während der Zugabe möglichst genau auf 80°C gehalten, so bildet sich nach ca. 30 Minuten ein weißer Niederschlag. Das Brom wird weiter wie angegeben zugetropft. Bei zu heftigem Stoßen der Lösung wird die Flüssigkeit vom Niederschlag abgossen und der Rest des Broms zur Flüssigkeit gegeben, die dann wieder mit dem Rückstand vereint wird. Das $\text{Na}_3\text{H}_2\text{IO}_6$ wird nun mit einem Büchnertrichter abgenutscht, mit mehreren kleinen Portionen Wasser gewaschen und im Exsikkator über CaCl_2 getrocknet.

2. Stufe:

In einem 500 ml Becherglas werden 5 g $\text{Na}_3\text{H}_2\text{IO}_6$ in 100 ml Wasser suspendiert und unter Erwärmen tropfenweise mit 3-molarer Schwefelsäure versetzt bis die Lösung klar wird. Anschließend verdünnt man auf 250 ml und gibt langsam 2 g $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ hinzu. Unter fortgesetztem Kochen und Rühren gibt man nun innerhalb einer Stunde 20 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ hinzu. Infolge der Oxidation geht die Farbe der Lösung allmählich von grün nach rot über, bis sich schließlich metallisch aussehende Kristalle von $\text{NaNiO}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ abscheiden. Das Produkt wird abgenutscht, mehrmals mit kleinen Portionen kochendem Wasser gewaschen und im Exsikkator über CaCl_2 getrocknet.

Entsorgung

Die wässrigen Phasen werden vereinigt, eingeengt und mit Natriumthiosulfat versetzt. Nach dem Erkalten kann die Lösung in den Behälter „ätzende, schwermetallhaltige, wässrige Lösungsmittel“ gegeben werden.

Eventuell angefallene Niederschläge werden abfiltriert und zusammen mit dem verwendeten Filterpapier in das Behältnis „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben.

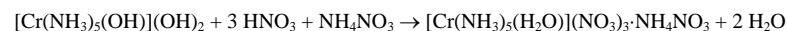
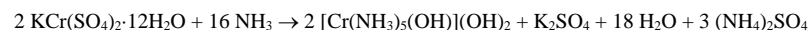
Versuch 10: Chrom(III)komplexe

Diskussionspunkte

Was versteht man unter den folgenden Begriffen und was haben sie mit diesem Versuch zu tun? Ligandenfeldtheorie, spektrochemische Reihe, Kristallfeldaufspaltung, Liganden-austausch.

Versuchsvorschrift

1. Stufe:



50 g $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ werden in einer „Kaffemühle“ fein gemahlen, gesiebt und in einen 500 ml Rundkolben geben. Nacheinander werden jetzt 125 ml konz. Ammoniak und

125 g NH_4NO_3 zugegeben und anschließend das Gemisch für eine Stunde bei 55°C bis 60°C gerührt. Nach dem Erwärmen lässt man die Lösung auf 20 °C abkühlen und leitet anschließend 30 Minuten Luft ein (Pressluft vorher durch drei Waschflaschen leiten, in der mittleren befindet sich Wasser!). Die Lösung wird nun sehr langsam zu einem Gemisch aus 50 g Eis und 125 ml konz. Salpetersäure (Auf die Temperatur achten. Nicht über 30°C!) gegeben und die entstehende rote Suspension für eine Stunde in ein Eisbad (Eis, Wasser, Salz) gestellt (Leichtes Kratzen mit einem Glasstab an der Glaswandung beschleunigt die Kristallisation!)

Danach wird die Lösung abfiltriert und mit wenig Wasser, später noch mit einer gesättigten ethanolschen NH_4NO_3 -Lösung (max. 100 ml) gespült. Zum Schluss trocknet man die Kristalle noch mit einer 1:1 Lösung von Ethanol und Ether.

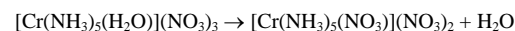
Für die folgenden Stufen wird jeweils ein Viertel der ersten Stufe verwendet, die restliche Substanz wird später zusammen mit den anderen Produkten abgegeben. Die folgenden Vorschriften werden entsprechend der Einwaage modifiziert!

2. Stufe:



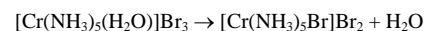
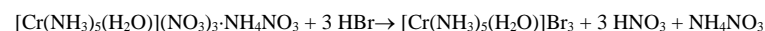
2,1 g des Produkts aus Stufe 1 werden in 20 ml Wasser gelöst und mit 0,5 ml 1 mol Salpetersäure gemischt. Anschließend werden 2 g NaNO_2 in 3 ml Wasser gelöst und zu der Lösung gegeben. Danach kühlt man die Lösung ab und lässt ca. 30 min stehen. Die Kristalle werden mit einem 1:1 Ethanol/Wasser-Gemisch gewaschen.

3. Stufe:



2,1 g des Produkts aus Stufe 1 werden in 20 ml Wasser gelöst und im Eisbad mit 10 ml konz. Salpetersäure und 10 ml Ethanol gemischt. Nach einigen Minuten fallen Kristalle aus, die mit Ethanol gewaschen werden können. Diese Stufe ist lichtempfindlich und muss daher vor Licht geschützt werden.

4. Stufe:



2,1 g des Produkts aus Stufe 1 werden in 4 ml Wasser gelöst und mit 1 ml Ammoniak, 5 ml Bromwasserstoffsäure (w(HBr)= 45 %) und 5 ml Ethanol gemischt, dann auf 0°C abgekühlt, abfiltriert und mit Ethanol gewaschen. Der Rückstand wird in 10 ml Wasser gelöst und mit 10 ml Bromwasserstoffsäure (w(HBr)= 45 %) versetzt. Anschließend wird wieder auf 0°C abgekühlt und abfiltriert. Der Rückstand wird erneut in 10 ml Wasser lösen und mit 2,5 ml Bromwasserstoffsäure (w(HBr)= 45 %) versetzt. Abschließend lässt man die Lösung für ca. 30 min im Wasserdampfbad bei 100°C stehen und gibt alle 8 Minuten 2,5 ml Bromwasserstoffsäure (w(HBr)= 45 %) zu, danach kühlt man die Lösung auf 20°C ab, filtriert den Rückstand ab und wäscht mit Ethanol.

Alle Produkte können im Exsikkator über CaCl_2 getrocknet werden. Die Schnappdeckelgläschen der Produkte werden anschließend mit Tesafilm gebündelt und zusammen mit dem Protokoll abgegeben.

Entsorgung

Die Lösungen werden neutralisiert, vereinigt, eingeeignet und nach dem Erkalten in den Behälter „ätzende, schwermetallhaltige, wässrige Lösungsmittel“ gegeben. Eventuell angefallene Niederschläge werden abfiltriert und zusammen mit dem verwendeten Filterpapier in das Behältnis „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben.

Versuch 11: Zinntetraiodid

Diskussionspunkte

Welche Gefahren gehen von Tetrachlorkohlenstoff aus? Wie trocknet man CCl_4 ? Wie entsorgt man Iod? Welche Unterschiede bestehen zwischen SnI_4 und SnCl_4 ? Was versteht man unter Redox-Reaktionen?

Versuchsvorschrift

Bei diesem Versuch muss eine $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lösung und ein Eisbad bereitgestellt werden!

In eine Versuchsanordnung bestehend aus einem 500 ml Rundkolben, Rückflusskühler und Trockenrohr werden 50 ml getrocknetes CCl_4 , 3 g Zinngranalien und 10 g Iod gegeben. Die Reaktion wird gestartet indem man unter Rühren langsam erhitzt. An einem violetten Rückfluss erkennt man den Beginn der Reaktion. Verläuft die Reaktion zu heftig, so muss zwischenzeitlich mit einem Eisbad gekühlt werden. Mit abklingender Reaktion wird wieder erwärmt bis sich die violetten Dämpfe orange färben. Die noch warme Lösung wird vorsichtig von Zinn-Resten abdekantiert, die Lösung im Eisbad abkühlt, der Niederschlag abgenutscht und das orange feinkristalline Produkt getrocknet.

Entsorgung

Die Zinn-Rückstände können in den Behälter „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben werden.

Das abdestillierte CCl_4 wird von den anderen TeilnehmerInnen erneut verwendet. Am Ende des Praktikums werden die CCl_4 -Reste in dem bereitgestellten Gefäß „ CCl_4 -Reste“ gesammelt. In einem Scheidetrichter werden die CCl_4 -Reste mit einer wässrigen $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lösung versetzt und bis zur Entfärbung der organischen Phase ausgeschüttelt. Das CCl_4 kann abdestilliert werden und wird somit recycelt. Die wässrige Phase wird eingengt und in den Behälter „ätzende, schwermetallhaltige, wässrige Lösungsmittel“ gegeben.

Versuch 12: α -Mangansulfid

Diskussionspunkte

Gibt es auch ein β -MnS? Warum fügt man bei diesem Versuch Kaliumoxalat hinzu? Warum wird heiß gefällt? Warum wird mit Ammoniumsulfid-Lsg. gewaschen? Welche Heizquelle verwendet man? Besondere Gefahren beim Umgang mit H_2S . Welcher Zusammenhang besteht zwischen MnS und der ZnS- bzw. NaCl-Struktur?

Versuchsvorschrift

In einem 1l Becherglas versetzt man 500 ml kochendes Wasser mit 10 g $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 3 g $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ und 80 ml konz. NH_3 . Während des Kochens gibt man 3 g NaHS zu. Das ausfallende Gemisch von grünem und rotem MnS wandelt sich bei weiterem Erwärmen in kurzer Zeit vollständig in die dunkelgrüne Modifikation um. Die Lösung wird abgenutscht und der Rückstand mehrmals mit frisch angesetzter heißer $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ -Lösung (5 NaHS-Chips in 100 ml konz. NH_4OH lösen) aufgeschlemmt, um den mitgefällten Schwefel zu entfernen. Abschließend wird mit Ethanol gewaschen und das Produkt ohne Filterpapier im Exsikkator über CaCl_2 getrocknet.

Entsorgung

Die wässrigen Phasen werden vereinigt, eingengt und in den Behälter „ H_2S -haltige, ätzende, wässrige Lösungsmittel“ gegeben.

Eventuell ausgefallene Niederschläge werden abfiltriert und zusammen mit dem verwendeten Filterpapier in das Behältnis „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben.

Versuch 13: Zinn(II)oxid

Diskussionspunkte

Bilden auch andere Elemente der 14. Gruppe Oxide der Zusammensetzung MO? Was bedeutet der Begriff „Polymorphie“? Wie verhält sich SnO gegenüber Säuren und Laugen? Wie ist Zinn in α -SnO koordiniert?

Versuchsvorschrift

Dieser Versuch muss unter Sauerstoffausschluss stattfinden! Das für die Lösungen zu verwendende Wasser muss daher vorher durch Aufkochen „luftfrei“ gemacht werden.

Man löst 10 g Zinnchlorid in möglichst wenig heißer konzentrierter Salzsäure (Pasteur-Pipette benutzen!) und fügt vorsichtig so lange gesättigte Natriumcarbonat-Lösung zu, bis die Flüssigkeit alkalisch ist. Die Anlage wird während des gesamten Versuchs mit Stickstoff durchströmt. Der Gasstrom muß vor der Anlage durch drei Gaswaschflaschen geleitet werden. In der mittleren Flasche befindet sich Paraffin.

Das abgeschiedene weiße Zinn(II)oxid-Hydrat wird in der Flüssigkeit anschließend 2 – 3 Stunden lang erhitzt (Wasser-Kochsalz-Bad, 110°C), wobei die quantitative Umwandlung zu schwarzblauem, metallisch glänzendem SnO eintritt. Man reinigt das Produkt durch mehrmaliges Dekantieren mit luftfreiem Wasser und trocknet im Exsikkator über CaCl₂.

Entsorgung

Die Lösungen werden vereinigt, eingeengt und nach dem Erkalten in den Behälter „ätzende, schwermetallhaltige, wässrige Lösungsmittel“ gegeben. Eventuell angefallene Niederschläge werden abfiltriert und zusammen mit dem verwendeten Filterpapier in das Behältnis „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben.

Versuch 14: Bleitetraacetat

Diskussionspunkte

Was versteht man unter dem Begriff „Thermochromie“? Was ist Mennige, wofür wurde und wird es in der Industrie benutzt? Welche Gefahren gehen von Bleiverbindungen aus? Welche Konkurrenzreaktionen laufen bei diesem Versuch ab? Wozu verwendet man Essigsäureanhydrid?

Versuchsvorschrift

Dieser Versuch muss unter Feuchtigkeitsausschluss stattfinden! Die Geräte werden daher vor dem Aufbau des Versuchs im Trockenschrank bei 120°C getrocknet. Die Anlage wird während des gesamten Versuchs mit Stickstoff durchströmt. Der Gasstrom muss vor der Anlage durch drei Gaswaschflaschen geleitet werden (In der mittleren Flasche befindet sich Schwefelsäure).

Der Versuchsaufbau besteht aus Gasversorgung und –einleitung, Rückflusskühler, Innenthermometer und Trockenrohr.

In einem Muffelofen wird das erhaltene Mennige am Tag vor Reaktionsbeginn bei 200°C getrocknet und anschließend in einem separaten Exsikkator über CaCl₂ weiterhin trocken gehalten. Unter Rühren wird zu einer Lösung aus 65 ml Eisessig und 65 ml Acetanhydrid vorsichtig und in kleinen Portionen das getrocknete Bleioxid gegeben. Die Lösung muss sich nach jeder Zugabe an Oxid erst wieder entfärben, bevor eine weitere Zugabe erfolgt. Die Temperatur muss während der Zugabe zwischen 55°C und 65°C gehalten werden (ca. zwei Tage!). Nach beendeter Zugabe wird die Lösung unter Schutzgas warm abfiltriert, um eventuell gebildetes PbO₂ zu entfernen. Das Produkt fällt anschließend in der Kälte aus und kann, ebenfalls unter Schutzgas, abfiltriert werden. Zur Reinigung werden die Kristalle bei 50°C in Eisessig gelöst, in der Kälte erneut ausgefällt und unter Schutzgas abfiltriert. Abschließend wird ein Reagenzglas ausgewogen, mit dem trockenen Produkt gefüllt, abgeschmolzen und durch Differenzwägung die Ausbeute an Pb(Ac)₄ bestimmt.

Entsorgung

Die flüssigen Phasen werden langsam in Eiswasser gegeben, neutralisiert und anschließend in den Behälter „ätzende, schwermetallhaltige, wässrige Lösungsmittel“ gegeben. Eventuell angefallene Niederschläge werden abfiltriert und zusammen mit dem verwendeten Filterpapier in das Behältnis „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben.

Versuch T1: Thermitverfahren

Diskussionspunkte

Was ist Mn_3O_4 ? Wie stellt man Mn_3O_4 aus Braunstein her? Wozu wird CaF_2 verwendet? Welche Reaktionen laufen bei diesem Versuch ab? Gibt es eine industrielle Anwendung für das Thermitverfahren? Welche Metalloxide lassen sich nach dem Thermitverfahren zum Metall reduzieren?

Versuchsvorschrift

Der Versuch kann nur bei trockenem Wetter im Freien durchgeführt werden. Es findet nur ein Versuchstermin statt, an dem alle Praktikanten teilnehmen. Pro Person werden 80 g MnO_2 über Nacht bei 850°C gehalten und das erhaltene Mn_3O_4 ggf. pulverisiert. Um eine günstige Witterungsbedingung ausnutzen zu können, müssen alle Chemikalien in ausreichender Menge vorliegen. Sie werden, nach Substanz getrennt, in verschiedenen Exsikkatoren über CaCl_2 gelagert. Erst am Tag des Versuchs wird die Zündermischung und die Reaktionsmischung hergestellt und das Reaktionsgefäß präpariert!

Zündermischung:

Pro Person werden 5 g Bariumperoxid und 7 g Magnesiumpulver durch Schütteln in einer Pulverflasche gemischt (Ein Ansatz für alle TeilnehmerInnen!). Keinesfalls das Gemisch durch Zerreiben im Mörser herstellen!

Reaktionsmischung:

Das vorbereitete Mn_3O_4 wird auf die TeilnehmerInnen verteilt und jeweils mit 20 g Al-Griess vermischt.

Präparation des Reaktionsgefäßes:

In einen Blumentopf (Höhe: 10 cm, kein Loch im Boden!) Gibt man 10 g CaF_2 und anschließend die vorbereitete Reaktionsmischung. Erst am Standort der späteren Reaktion (Die Blumentöpfe sollten untereinander einen Abstand von ca. 2 m besitzen!) drückt man mit einem Reagenzglas ein möglichst tiefes Loch in die Mischung und füllt mit der abgewogenen Zündermischung auf, abschließend werden 3 g KMnO_4 auf die Zündermischung gegeben.

Sind alle TeilnehmerInnen mit der Vorbereitung fertig, so wird durch die Reaktion durch einige Tropfen Glycerin gezündet. Die Zugabe darf nur durch einen Assistenten erfolgen!

Es ist ein Sicherheitsabstand von ca. 10 m einzuhalten! Erst in Absprache mit dem Assistenten darf sich, nach Beendigung der Reaktion, dem Gefäß genähert werden!

Die Isolierung des Produktes erfolgt nach dem Erkalten des Gefäßes durch Zerkleinern des Schmelzkuchens.

Entsorgung

Die Rückstände werden im Gefäß „Thermit-Rückstände“ gesammelt.

Versuch T2: Transportreaktion

Diskussionspunkte

Welches Prinzip liegt der Transportreaktion zu Grunde? Was bedeuten die Begriffe „Endotherm“ und „Exotherm“? In welchem Bereich der Ampulle sammelt sich bei einer endothermen Reaktion das Reaktionsprodukt? Welche Reaktionen laufen in der Ampulle ab? Wozu können Transportreaktionen eingesetzt werden?

Versuchsvorschrift

Vor diesem Versuch wird von einem Praktikanten (einer Praktikantin) der Versuchsofen mit einem Thermoelement ausgemessen und die Länge (L_G) bestimmt, die für einen Temperaturgradienten von 530°C nach 180°C benötigt wird. Die Länge der Ampulle ($L_A = L_G + 10\text{ cm}$) wird entsprechend gewählt. Dieser Versuch wird von allen Praktikanten zeitgleich durchgeführt.

0,5 g Eisenpulver wird in die Ampulle gefüllt und mit einem Stück Steinwolle vom restlichen Ampullenvolumen abgetrennt. Anschließend fügt man eine kleine Menge Iod ($0,1\text{ g I}_2$) hinzu, evakuiert (Kühlfalle mit flüssigem Stickstoff) und schmilzt die Ampulle ab. Bevor man nun die Ampulle so im Ofen platziert, dass die heiße Zone der Ampulle bei 530°C und die kalte Zone bei 180°C liegt, wird die Länge und das Gewicht notiert. Nach einer Woche Reaktionszeit lässt man den Ofen abkühlen.

Entsorgung

Keine

Versuch T3: Kaliumthioferrat(III)

Diskussionspunkte

Warum verwendet man möglichst feinpulvrige Ausgangssubstanzen? Welche Arten der Diffusion im Festkörper gibt es? Warum setzt man unterschiedliche Carbonate ein? Welche Aufgaben übernehmen die Carbonate bei der Reaktion? Welche Reaktionen laufen bei diesem Versuch ab? Woher rührt die grüne Farbe beim Auslaugen des Schmelzkuchens? Was ist der Freiburger-Aufschluss?

Versuchsvorschrift

Ein inniges Gemisch von 2 g Eisenpulver, 12 g Schwefel, 10 g Kaliumcarbonat und 2 g Natriumcarbonat wird in einem bedeckten Porzellantiegel langsam bis zum Schmelzfluss erhitzt und etwa 20 min. lang bei heller Rotglut gehalten (Simon-Müller-Ofen auf 1000°C stellen, **der Simon-Müller-Ofen muss zu Beginn vollständig kalt sein!!**). Danach lässt man die Schmelze langsam erkalten, gibt den Tiegel in warmes Wasser, dabei zerfällt der Schmelzkuchen. Es bildet sich eine grüne Lösung, die von Zeit zu Zeit abgegossen und durch frisches, warmes Wasser ersetzt werden muss. Zurück bleiben rotviolette Kristallnadeln. Man extrahiert so lange bis sich nichts mehr löst, sammelt die Kristalle auf einem Büchnertrichter und wäscht sie mit Wasser und Ethanol.

Entsorgung

Die wässrigen Phasen werden vereinigt, eingeeengt und in den Behälter „H₂S-haltige, ätzende, wässrige Lösungsmittel“ gegeben. Eventuell ausgefallene Niederschläge werden abfiltriert und zusammen mit den verwendeten Filterpapier in das Behältnis „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben.

Versuch T4: Rinmansgrün

Diskussionspunkte

Was sind Spinelle, welche Spinell-Strukturtypen gibt es? Was sind Pigmente und wo finden sie Verwendung? Wie lautet die Reaktionsgleichung? Aus welchem Grund setzt man KCl hinzu? Ist bei diesem Versuch eine Berechnung der Ausbeute sinnvoll? Welchen Chlorid-Nachweis könnte man verwenden?

Versuchsvorschrift

In einem Porzellantiegel werden 2,5 g ZnO und 1 g CoO mit 3,5 g KCl vermengt und im Simon-Müller-Ofen für einen Tag bei Temperaturen von etwa 1000 °C im Fluss gehalten. Anschließend lässt man den Ofen abkühlen, entnimmt den Tiegel und zerkleinert den Schmelzkuchen grob. Das grüne Rohprodukt wird nun mit kleinen Portionen Wasser ausgelaugt bis der Chlorid-Nachweis des Waschwassers negativ verläuft. Das Produkt wird abgenutscht, mit Ethanol gewaschen und über CaCl₂ im Exsikkator getrocknet.

Entsorgung

Die Waschwässer werden eingeeengt, eventuell anfallende Niederschläge werden abfiltriert und zusammen mit den verwendeten Filterpapieren in den Behälter „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben. Das Filtrat wird in den Behälter „ätzende, schwermetallhaltige, wässrige Lösungsmittel“ gegeben.

Versuch T5: Kaliumperoxodisulfat

Diskussionspunkte

Warum werden unterschiedliche Elektrodenformen verwendet? Welche Reaktionen laufen an den Elektroden ab? Wie sehen die Lewis-Formeln für die einzelnen Reaktionsprodukte aus? Wie geht man bei der iodometrischen Rücktitration vor? Welche Produkte entstehen? Was ist eine Ursubstanz? Wie entsorgt man Iod?

Versuchsvorschrift

Man stellt sich eine heiß gesättigte KHSO_4 -Lösung her, kühlt auf 5°C ab, nutschts den Konzentrationsrückstand ab und bestimmt die Trockenmasse des Niederschlags. Das Filtrat wird in ein 100 ml Becherglas gegeben und während der nun folgenden zweistündigen Elektrolyse im Eis-Kochsalzbad weiterhin kalt gehalten. Als Anode verwendet man eine Pt-Spirale und als Kathode ein Pt-Netz, die Stromstärke sollte bei ca. 3A liegen (Es ist darauf zu achten, dass sich die Elektroden nicht berühren!). Nach beendeter Elektrolyse wird das Rohprodukt abgenutscht und mit Ethanol gewaschen. Das Produkt wird anschließend im Exsikkator über CaCl_2 getrocknet und abschließend die Ausbeute bestimmt. Bei diesem Versuch wird das unverbrauchte Edukt und das Produkt abgegeben.

Zur Reinheitsbestimmung bedient man sich der Iodometrie. Da eine Einfachbestimmung erfahrungsgemäß wenig aussagekräftig ist, wird eine Dreifachbestimmung durchgeführt und die gemittelte Reinheit angegeben.

In einen 200 ml Erlenmeyerkolben werden 0,25 g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ eingewogen, in 30 ml Wasser gelöst und mit ca. 2 g Kaliumiodid versetzt. Nach 15 Minuten (Im Dunkeln lagern!) wird die Lösung mit 1 ml Essigsäure stabilisiert und gegen eine 0,1 molare $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lösung titriert. Zur besseren Indikation kann in den Erlenmeyerkolben eine verdünnte Stärke-Lösung zugegeben werden. Den Titer der $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lösung bestimmt man durch Titration einer Iod-Lösung.

Der Reinheitsgrad soll in Prozent angegeben werden, anschließend berechnet man die tatsächliche Ausbeute in Prozent.

Entsorgung

Die wässrigen Phasen werden vereinigt, eingeeengt und mit Natriumthiosulfat versetzt und nach dem Erkalten in den Behälter „ätzende, schwermetallhaltige, wässrige Lösungsmittel“ gegeben werden.

Eventuell angefallene Niederschläge werden abfiltriert und zusammen mit dem verwendeten Filterpapier in das Behältnis „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben.

Versuch T6: Chrom(III)chlorid (wasserfrei)

Diskussionspunkte

Warum kann man $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ nicht durch einfaches Erhitzen entwässern? Was versteht man unter dem Begriff der „Hydratisomerie“? Wie könnte man auf analytischen Weg nachweisen, ob Chlor im Komplex gebunden vorliegt? Welche Farben sind für Chrom-Salze charakteristisch? In welchem Temperaturbereich sollte man bei diesem Versuch arbeiten? Welche Gefahren gehen von Phosgen aus? Welche Reaktionen laufen bei diesem Versuch ab? Welche strukturellen Eigenschaften besitzt CrCl_3 ?

Versuchsvorschrift

Die komplette Anlage wird am Tag vor dem Versuch aufgebaut (Das Testat muss vorher abgelegt werden!) und wird an die nachfolgenden Teilnehmer übergeben.

Die Anlage besteht aus drei Reaktionskolben, die über Gasleitungen verbunden sind. Auf dem ersten Kolben befindet sich ein Tropftrichter, in dem sich ca. 50 ml Tetrachlorkohlenstoff befinden. Der Reaktionskolben wird in einem Heizpilz bei einer Temperatur über 77°C gehalten (1. Stufe einstellen!), während man mit einer Tropfgeschwindigkeit von ca. 30 Tropfen pro Minute CCl_4 zugibt. Der Dampf wird über eine mit einer Heizspirale ummantelten Gasleitung in den zweiten Kolben geleitet, der in einem Simon-Müller-Ofen auf $500^\circ\text{C} - 530^\circ\text{C}$ temperiert wird. Die vorgelegten 10 g $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ setzen sich während des Versuchs unter Volumenzunahme zum wasserfreien CrCl_3 um. Das freiwerdende Wasser wird über eine weitere Gasleitung in den dritten Reaktionskolben überführt, das entstehende Phosgen kann von dort direkt in den Abzug geleitet werden. Sollte aus den Gasleitungen Kondenswasser zurück in das zweite Reaktionsgefäß laufen, so muss die Tropfgeschwindigkeit von CCl_4 etwas erhöht werden.

Drei Stunden nach Erreichen der Reaktionstemperatur bricht man den Versuch ab und lässt den Reaktionskolben abkühlen. Das Rohprodukt wird mit warmer konzentrierter Salzsäure ausgelaugt, um eventuelle Reste an Chromoxid zu entfernen. Das ungelöste Produkt wird über einen Büchnertrichter abgenutscht und mit Wasser und anschließend mit Ethanol gewaschen. Das Produkt kann über CaCl_2 im Exsikkator getrocknet werden.

Entsorgung

Die wässrigen Lösungen können in den Behälter „ätzende, schwermetallhaltige, wässrige Lösungsmittel“ gegeben werden.

Eventuell ausgefallene Niederschläge werden abfiltriert und zusammen mit dem verwendeten Filterpapier in das Behältnis „Filter- und Aufsaugmassen“ gegeben.

Laufzettel Anorganisch-Chemisches Praktikum II (B.Sc.)

Name:

Matrikel-Nr.:

Platz:

Nr.	Präparat	Testat	Subst.	N-Subst.	Ausbeute [g, %]	Testat
1	KClO ₄					
2	Li ₃ N					
3	Na _x WO ₃					
4	K ₂ MnO ₄					
5	Cr ₂ (Ac) ₄ (H ₂ O)					
6	[Co(en) ₃]Br ₃ ·3H ₂ O					
7	Cu-Kreislauf					
8	H ₄ [Si(W ₃ O ₁₀) ₄]·xH ₂ O					
9	NaNiIO ₆ ·H ₂ O				1. St.:	
					2. St.:	
10	Cr(III)salze				1. St.:	
					2. St.:	
					3. St.:	
					4. St.:	
11	SnI ₄					
12	α-MnS					
13	SnO					
14	Pb(Ac) ₄					
T1	Mn					
T2	FeI ₂					
T3	KFeS ₂					
T4	ZnCo ₂ O ₄					
T5	K ₂ S ₂ O ₈					
T6	CrCl ₃					

Den Laufzettel und die folgenden Seiten für den Gebrauch heraustrennen!

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Name:	Versuch:
Reaktionsgleichung:	
Lösungsmittel:	
Mögliche Gefährdungen:	

Anorganisch-Chemisches Praktikum II

Herr/Frau

Ist berechtigt, aus der Chemikalienausgabe

..... g / ml / Packung

..... (Substanz)

zu erhalten.

.....
(Unterschrift des Assistenten)

Anorganisch-Chemisches Praktikum II

Herr/Frau

Ist berechtigt, aus der Chemikalienausgabe

..... g / ml / Packung

..... (Substanz)

zu erhalten.

.....
(Unterschrift des Assistenten)

Abgabeprotokoll

Name:.....

- Der benutzte **Abzug Nr.:**.....wurde gereinigt (Glasflächen, Kacheln, usw.).

Vom Assistenten abgenommen am:.....

Unterschrift (Assistent).....

- Der benutzte **Arbeitsplatz Nr.:**..... wurde gereinigt.

Vom Assistenten abgenommen am:.....

Unterschrift (Assistent).....

- Die **Sonderaufgabe**wurde vollständig erfüllt.

Vom Assistenten abgenommen am:.....

Unterschrift (Assistent).....

**Das Praktikum kann nur bestanden werden, wenn dieses Protokoll
am Praktikumsende vom Assistenten vollständig unterschrieben
worden ist**